



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) DE 699 07 142 T2 2004.02.12

(12)

## Übersetzung der europäischen Patentschrift

(97) EP 1 049 730 B1

(51) Int Cl.<sup>7</sup>: C08F 36/18  
C08F 2/42

(21) Deutsches Aktenzeichen: 699 07 142.9

(86) PCT-Aktenzeichen: PCT/US99/01286

(96) Europäisches Aktenzeichen: 99 904 177.5

(87) PCT-Veröffentlichungs-Nr.: WO 99/037696

(86) PCT-Anmeldetag: 22.01.1999

(87) Veröffentlichungstag

der PCT-Anmeldung: 29.07.1999

(97) Erstveröffentlichung durch das EPA: 08.11.2000

(97) Veröffentlichungstag

der Patenterteilung beim EPA: 23.04.2003

(47) Veröffentlichungstag im Patentblatt: 12.02.2004

(30) Unionspriorität:

72218 P 22.01.1998 US

(74) Vertreter:

derzeit kein Vertreter bestellt

(73) Patentinhaber:

Dupont Dow Elastomers L.L.C., Wilmington, Del.,  
US

(84) Benannte Vertragsstaaten:

DE, FR, GB

(72) Erfinder:

LYONS, Frederick, Donald, Wilmington, US

(54) Bezeichnung: ZUSAMMENSETZUNG ZUR INHIBIERUNG DER POLYMERISATION VON CHLOROPREN

Anmerkung: Innerhalb von neun Monaten nach der Bekanntmachung des Hinweises auf die Erteilung des europäischen Patents kann jedermann beim Europäischen Patentamt gegen das erteilte europäische Patent Einspruch einlegen. Der Einspruch ist schriftlich einzureichen und zu begründen. Er gilt erst als eingelebt, wenn die Einspruchsgebühr entrichtet worden ist (Art. 99 (1) Europäisches Patentübereinkommen).

Die Übersetzung ist gemäß Artikel II § 3 Abs. 1 IntPatÜG 1991 vom Patentinhaber eingereicht worden. Sie wurde vom Deutschen Patent- und Markenamt inhaltlich nicht geprüft.

**Beschreibung****HINTERGRUND DER ERFINDUNG GEBIET DER ERFINDUNG**

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft einen Inhibitor für die Emulsionspolymerisation von Chloropren und betrifft ein Verfahren zur Erzeugung eines verfärbungsbeständigen Polychloroprens unter Verwendung eines solchen Inhibitors.

**EINSCHLÄGIGER STAND DER TECHNIK**

[0002] Chloropren ist ein hoch reaktionsfähiges Monomer. Bei normalen Temperaturen ist für ein nicht inhibiertes Chloropren-Monomer eine spontane radikalische Polymerisation zu erwarten (Encyclopedia of Polymer Science and Engineering, Bd. 3, 2. Ausg., S. 442 (1985)).

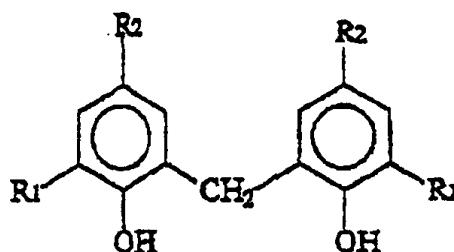
[0003] Die Emulsionspolymerisation ist der bevorzugte Weg um die hohen Polymerisationsgeschwindigkeiten von Chloropren zu bewältigen und eine hohe relative Molekülmasse zu erzielen. Um die Polymerisationsreaktion zu steuern und zusätzliche Reaktionen zu verhindern, nachdem die angestrebte relative Molekülmasse erreicht worden ist, wird die Polymerisationsreaktion normalerweise nicht bis zur vollständigen Umwandlung des Chloropren-Monomers ausgeführt. Statt dessen wird das Reaktionsgemisch mit einem Inhibitor behandelt, der oftmals als "Abstoppmittel" bezeichnet wird und der die Polymerisation bei weniger als 100% Umwandlung wirksam stoppt. Das restliche Chloropren-Monomer wird dann entfernt.

[0004] Bekannte wirksame Abstoppmittel für die Emulsionspolymerisation von Chloropren, wie beispielsweise Phenothiazin und p-tert-Butylcatechin, sind gewöhnlich stark gefärbt oder Photosensibilisatoren. Sie führen zu Polychloroprenen, die sich unter der Einwirkung des Sonnenlichts rasch verfärbten. Andere Materialien, die als Abstoppmittel oder Stabilisennittel für die Emulsionspolymerisation von Chloropren offenbart wurden, schließen eine Klasse von Bis(phenol)methan-Verbindungen ein, die mit Alkylresten in ortho- und para-Stellungen zu jeder der Hydroxy-Gruppen substituiert sind (die "Rosahl-Verbindungen"), die von Rosahl et al. in der US-P-3074899 offenbart wurden. Obgleich die "Rosahl-Verbindungen" Polymere mit einer geringen Neigung zur Verfärbung liefern, hat der Anmelder der vorliegenden Patentschrift entdeckt, dass sie die Chloroprenpolymerisation nicht sicher und wirksam abstoppen, wenn die "Rosahl-Verbindungen" als einziger Inhibitor verwendet werden. Darüber hinaus wird in der US-P-4481313 von Banta et al. offenbart, dass die Emulsionspolymerisation von Chloropren unter Verwendung von phenolischen Antioxidantien abgestoppt werden kann, wie beispielsweise Hydrochinon, 2,5-Di-tert-amylhydrochinon, 4-tert-Butylpyrocatechin, 4,4'-Thiobis(6-tert-butyl-o-kresol) und

2,6-Di-tert-butyl-4-phenylphenol abgestoppt werden kann. Die in der US-P-4481313 offenbarten phenolischen Antioxidantien bewirken entweder eine Verfärbung oder erweisen sich, wie der Anmelder der vorliegenden Patentschrift festgestellt hat, als unwirksame Abstoppmittel.

**ZUSAMMENFASSUNG DER ERFINDUNG**

[0005] Die Erfindung richtet sich auf eine Polymerisationsinhibitor-Zusammensetzung für die Emulsionspolymerisation von Chloropren, aufweisend ein 4-(C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-Alkoxy)phenol und ein gehindertes Bis(phenol)methan der Formel



worin jedes R<sup>1</sup> unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylresten und jedes R<sup>2</sup> unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Wasserstoff und C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylresten, wobei das Molverhältnis von Alkoxyphenol zu dem gehinderten Bis(phenol)methan 0,5 : 1 bis 2,5 : 1 beträgt.

[0006] Ferner richtet sich die Erfindung auf ein Verfahren zum Herstellen eines verfärbungsbeständigen Polychloroprens, umfassend die Schritte: Polymerisieren von Chloropren-Monomer in einer wässrigen Emulsion und Abstoppen des Polymerisationsschrittes durch Zusetzen der vorgenannten Inhibitorzusammensetzung. Für einen wirksamen Abbruch eine Mindestmenge von 0,0003% der Summe von Alkoxyphenol und Bis(phenol)methan bezogen auf das Gesamtgewicht des anfänglichen Monomers in dem Polymerisationsprozess benötigt.

**DETAILLIERTE BESCHREIBUNG DER ERFINDUNG**

[0007] Der Anmelder der vorliegenden Patentschrift hat entdeckt, dass 4-(C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-Alkoxy)phenol-Verbindungen (gelegentlich bezeichnet als Hydrochinon-mono(C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-alkyl)ether-Verbindungen) etwa so wirksam sind wie die Rosahl-Verbindungen, um die Emulsionspolymerisation von Chloropren abzustoppen, und das keines von Beiden die Polymerisation vollständig zum Stoppen bringt, wenn die Anwendung als einziger Inhibitor erfolgt. Was noch wichtiger ist, der Anmelder der vorliegenden Patentschrift hat darüber hinaus entdeckt, dass eine Zusammensetzung, die beide Typen der Verbindungen enthält, ein überraschend wirksameres Abstoppmittel ist, als die Beiden allein und die Kombination die Polymerisation vollständig abstoppen kann.

[0008] Die Emulsionspolymerisation von Chloro-

pren ist gut bekannt. Sie wird konventionell zur Erzeugung einer Vielzahl von Chloroprenkautschuken verwendet. Der Begriff "Polymere von Chloropren" oder "Chloroprenkautschuke" umfasst Polymere, in denen Chloropren das Hauptmonomer oder überwiegende Monomer ist, und Chloropren-Dipolymere, -Terpolymere und höhere Copolymeren einschließt. Organische Comonomere, wie beispielsweise 2,3-Dichlor-1,3-butadien; Acrylnitril, Methacrylnitril, niedere Alkylacrylate, niedere Alkylmethacrylate, Acrylamide, Methacrylamide, niedere Alkylmaleate und Fumarate, Acrylsäure, Methacrylsäure, Fumarsäure und Maleinsäure können zum Einsatz gelangen.

[0009] Gewöhnlich macht die Gesamtmenge der Comonomere nicht mehr als 25 Molprozent der Gesamtmonomere aus und wird bevorzugt weniger als 15 Molprozent der Gesamtmonomere einschließlich Chloropren ausmachen. Der verwendete Begriff "Monomer" wird so aufgefasst, dass alles polymerisierbare Monomer einbezogen ist, ausgenommen etwaiger elementarer Schwefel, der in das Polymer eingebaut werden kann. Die Gesamtmenge an Monomeren beträgt in der Regel mindestens 50 Molprozent Chloropren, vorzugsweise weniger als 25 Molprozent Comonomer und mehr bevorzugt weniger als 15 Molprozent Comonomer.

[0010] Es kann jedes beliebige Verfahren zum Polymerisieren von Chloropren in wässriger Emulsion zum Einsatz gelangen, das die neuartigen Merkmale der vorliegenden Erfindung nicht beeinträchtigt. Prozesse und Verfahren für die Polymerisation und Gewinnung von Chloropren wurden beispielsweise offenbart in der "Encyclopedia of Polymer Science and Technology", supra sowie in zahlreichen Patentschriften, wie beispielsweise den US-P-2264173 und 2264191, beide erteilt am 25. November, 1941 und bei Whitby, "Synthesekautschuk", 1954, S. 770. Die Polymerisation lässt sich entweder chargenweise oder kontinuierlich ausführen.

[0011] Ein typischer Prozess beginnt mit einer Rezeptur, die ein Emulgiermittel, Wasser, Chloropren, Comonomer nach Erfordernis, entweder elementaren Schwefel oder ein Kettenübertragungsmittel und andere Additive für die kolloidale Stabilität erfordert.

[0012] Es konventionelle Emulgiermittel können zum Einsatz gelangen, wie beispielsweise die Salze von Kollophonium und Kollophonium-Derivaten, wie beispielsweise Tallölharz (oder Naturharz), Baumharz, disproportionierte Naturharze und deren Salze. Emulgiermittel auf Naturharz-Basis sind auf dem Gebiet gut bekannt. Ein besonders bevorzugtes Naturharz-Emulgiermittel ist Baumharz (unmodifiziert mit der Ausnahme einer Reinigung, vertrieben von der Reichhold Chemicals als "Nancy-Wood Rosin").

[0013] In der üblichen Praxis wird Chloropren entweder in Gegenwart von elementarem Schwefel oder einem Schwefel enthaltenden Kettenabbruchmittel polymerisiert. Elementarer Schwefel wird in das Grundgerüst des Polymers eingebaut. Danach werden die Polysulfid-Bindungen durch ein Abbaumittel

aufgespalten. Die Schwefelmenge kann im Bereich von herab bis zu 0,1% oder weniger bezogen auf die polymerisierbaren Verbindungen (Monomer) und bis zu einem maximalen Anteil liegen, der in der nicht wässrigen Phase unter den Bedingungen der Polymerisation löslich ist, normalerweise etwa 0,2 bis 2,5%, vorzugsweise im Bereich von 0,2 bis 0,8 Teile Schwefel pro 100 Teile Monomer und mehr bevorzugt 0,3 bis 0,65 Teile davon.

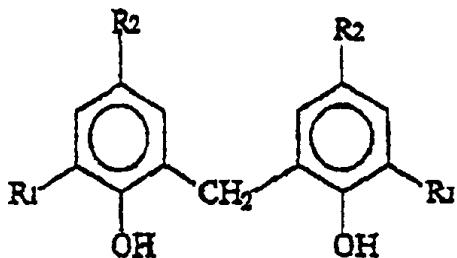
[0014] Im Gegensatz zu elementarem Schwefel reagieren Kettenübertragungsmittel mit wachsenden Polymerkettenenden, was zu einem Abbruch und zu einer terminalen Kappung führt. Konventionelle Kettenübertragungsmittel schließen Mercaptane ein, wie beispielsweise Dodecylmercaptopan, sowie Disulfide, wie beispielsweise Alkylxanthogendisulfide. In der Regel werden mindestens 0,05 Teile, bevorzugt 0,05 bis 0,8 Teile und am meisten bevorzugt 0,1 bis 0,25 Teile Kettenübertragungsmittel pro 100 Teile Monomer verwendet.

[0015] Die üblichen Verfahren können eingesetzt werden, um die wässrige Emulsion von Monomeren, entweder elementarem Schwefel oder Kettenübertragungsmittel, Emulgiermittel und Wasser anzusetzen. In der Regel wird der wässrigen Phase ebenfalls ein Stabilisiermittel für die Emulsion zugesetzt, wie beispielsweise ein Natriumsalz eines Naphthalensulfonsäure-Formaldehyd-Kondensationsproduktes. Die Anteile in der wässrigen Emulsion sind nicht entscheidend, wobei in der Regel das Monomer in einer Menge von beispielsweise 30% bis 60 Gew.% bezogen auf das Gesamtgewicht der Zusammensetzung vorliegen wird.

[0016] Der pH-Wert der wässrigen Emulsion für die Polymerisation kann in Abhängigkeit von dem speziellen Emulgiersystem variiert werden, das zur Anwendung gelangt, und kann sauer, neutral oder alkalisch sein. Allerdings liegt der pH-Wert vorzugsweise im Bereich von etwa 7 bis 13,5.

[0017] Der Emulsion kann ein Initiator zugesetzt werden. Es können konventionelle Initiatoren für die Chloroprenpolymerisation zum Einsatz gelangen. Bevorzugte Initiatoren sind wasserlösliche Peroxid-Initiatoren des organischen oder anorganischen Typs. Beispiele für organische Peroxide sind Benzoylperoxid, Cumenshydroperoxid, tert-Butylisopropylbenzol-Hydroperoxid, Azo-Katalysatoren, wie beispielsweise alpha-alpha-Azo-bis-isobutyronitril. Geeignete anorganische Peroxide sind Salze von anorganischen Säuren, einschließlich Persulfate, Perborate oder Percarbonate, z. B. Ammonium- oder Kaliumpersulfat und Wasserstoffperoxid. Am meisten bevorzugt ist eine Lösung von Kaliumpersulfat und Natrium-2-antrachinonsulfonat. Der Initiator kann in Mengen zur Anwendung gelangen, die erforderlich sind, um eine Polymerisation mit einer beliebigen angestrebten Geschwindigkeit zustande zu bringen, wobei geeignete Bereiche bei 0,001 bis 0,5 Gewichtsteile pro 100 Teile polymerisierbares Monomer liegen.

[0018] Der Reaktionsablauf wird normalerweise mit Hilfe der gaschromatographischen Analyse von nicht umgesetztem Chloropren oder unter Beobachtung der Änderung des spezifischen Gewichts als Ergebnis der Polymerisation überwacht. Im Normalfall wird die Polymerisation bei weniger als der vollständigen Umwandlung des gesamten Chloropren-Monomers gestoppt. Wenn das Umwandlungsziel erreicht ist, wird die Polymerisation durch Zusatz eines Minimums von 0,0003% Inhibitorzusammensetzung bezogen auf das Gewicht des gesamten Ausgangsmonomers (Chloropren plus Comonomere) in der Polymerisation gestoppt, wobei die Zusammensetzung aufweist: ein 4-(C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-Alkoxy)phenol und ein gehindertes Bis(phenol)methan der Formel



worin jedes R<sup>1</sup> unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylresten und jedes R<sup>2</sup> unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Wasserstoff und C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylresten. Die Alkylreste können gradkettig oder verzweigt oder cyclisch sein. Jedes R' ist vorzugsweise ein verzweigter C<sub>3</sub>-C<sub>12</sub>-Alkyl- oder Cycloalkylrest und mehr bevorzugt ein verzweigter C<sub>3</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylrest. Jedes R<sup>2</sup> ist vorzugsweise ein C<sub>1</sub>-C<sub>12</sub>-Alkylrest und mehr bevorzugt ein C<sub>1</sub>-C<sub>6</sub>-Alkylrest. Am meisten bevorzugt sind die gehinderten Bis(phenol)methan-Verbindungen 2,2'-Methylen-bis-(6-tert-butyl-4-methylphenol) und 2,2'-Methylen-bis-(6-tert-butyl-4-ethylphenol). Das bevorzugte Alkoxyphenol ist 4-Methoxyphenol. Das Molverhältnis von Alkoxyphenol zu dem Bis(phenol)methan in der Inhibitorzusammensetzung liegt im Bereich von 0,5 : 1 bis 2,5 : 1 und vorzugsweise 0,75 : 1 bis 2,0 : 1.

[0019] Wenn in die Polymerisation elementarer Schwefel einbezogen ist, dann wird das Polymer abgebaut durch Peptisierung, wobei die Polysulfidbindungen aufgespalten werden. Es können konventionelle Peptisierungsmittel zum Einsatz gelangen, wie beispielsweise Tetraalkylthiuramdisulfide.

[0020] Nicht umgesetztes Monomer wird sodann beispielsweise unter Anwendung von Dampf in einer geschlossenen Wirbelströmung abgetrieben, wie auf dem Gebiet der Beschreibung in der US-P-2467769 bekannt ist. Im typischen Fall wird der abgetriebene Latex angesäuert und kann entweder in dieser Form aufbewahrt werden, oder der Chloroprenkautschuk wird beispielsweise isoliert, indem er kontinuierlich als Polymerfolie auf einer Gefrierwalze in einer auf dem Gebiet bekannten Weise entsprechend der Beschreibung in der US-P-2187146 ausgefällt wird. Die

resultierende Polymerfolie wird gewaschen und getrocknet und ist gegenüber Verfärbung beständig.

[0021] Chloroprenkautschuke, die nach der vorliegenden Erfindung erzeugt werden, lassen sich für jede beliebige typische Anwendung von Chloroprenkautschuk einsetzen. Besonders nützlich sind sie in Klebmittelzusammensetzungen, wie beispielsweise Lösungsmittelkleber und Ppropf-Klebmitteln. In den Lösungsmittelklebern wird Chloropren-Polymer in einem organischen Lösemittel aufgelöst und mit Klebrigmachern, Antioxidantien und Metallociden abgemischt. In den Ppropf-Klebmitteln wird das Chloropren-Polymer in einem organischen Lösemittel aufgelöst und mit Methylmethacrylat gepropft. Das resultierende Ppropfpolymer (in Lösung) wird mit Klebrigmachern und Antioxidantien abgemischt.

[0022] Die folgenden Beispiele werden zur Veranschaulichung der Erfindung präsentiert und sind nicht zur Beschränkung ihres Geltungsbereichs auszulegen. Sofern nicht anders angegeben, sind in den Beispielen die Anteile und Prozentangaben auf Gewicht bezogen. Sofern nicht anders angegeben, sind die Gewichtsteile in der Beschreibung und in den Ansprüchen auf das ursprüngliche Monomer bezogen, das in der Polymerisation vorliegt.

#### BEISPIELE PRÜFMETHODE

[0023] Es wurde eine Lösung von 2.000 g CD (Chloropren-Monomer), 60 g disproportioniertes Kollophonium und 4,4 g n-Dodecylmercaptopan mit einer Lösung von 1.720,5 g demineralisiertem Wasser, 9,5 g NaOH (100%), 3,0 g Natriumsulfat und 8,0 g sulfonierte Naphthalen-Formaldehyd-Kondensationsprodukt emulgiert. Die Emulsion wurde auf eine Temperatur von 40°C gebracht und eine Initiatorlösung von 0,005% Kaliumpersulfat und 0,000125% Natrium-2-anthrachinonsulfonat zugesetzt. Die Initiatorlösung wurde so lange zugegeben, bis das spezifische Gewicht der Emulsion 1,062 erreichte. Es waren zwischen 15 und 50 g Initiatorlösung erforderlich, um dieses spezifische Gewicht zu erreichen. An dieser Stelle wurde das gewünschte Abstoppmittel zugegeben. Es wurde eine Probe der Emulsion gezogen und ihr Feststoffgehalt in Gew.% der Emulsion gemessen.

[0024] Es wurden 5 g einer zweiten Initiatorlösung aus 0,05% Kaliumpersulfat und 0,00125% Natrium-2-anthrachinonsulfonat zugesetzt und die Emulsionstemperatur für 1 Stunde bei 40°C gehalten. So dann wurde eine andere Probe zur Messung des Feststoffgehaltes gezogen.

[0025] Der Feststoffgehalt der ersten Probe wurde von dem Feststoffgehalt der zweiten Probe subtrahiert, um den Betrag der Umwandlungsverschiebung zu bestimmen (d.h. den Betrag, um den sich die Menge des umgesetzten Monomers zwischen den Messungen geändert hatte). Ein kleinerer Wert der Umwandlungsverschiebung zeigt einen wirksameren Abbruch, während ein Maximum an Wirksamkeit für

eine Abstopp-Zusammensetzung angezeigt wird durch eine Umwandlungsverschiebung von 0,0 (d.h. keine zusätzliche Umwandlung von Monomer zu Polymer in dem Zeitraum zwischen den Messungen). Für ein sicheres und wirksames Abstoppvermögen ist ein maximaler Wert für die Umwandlungsverschiebung von 0,2 erforderlich.

### BEISPIEL 1

[0026] Es wurde eine Abstopp-Emulsion angesetzt, indem 47,0 g Toluol, 3,0 g ( $8,8 \times 10^{-3}$  Mol), 2,2'-Methylen-bis(6-tert-butyl-4-methylphenol), 47,0 g demineralisiertes Wasser, 1,0 g ( $8,0 \times 10^{-3}$  Mol) 4-Methoxyphenol und 2,0 g Duponol WAQE, eine 30%ige Lösung von Natriumlaurylsulfat (Witco Corporation, Greenwich, Connecticut) miteinander gemischt wurden. Dieses repräsentiert ein Molverhältnis von Alkoxyphenol : gehindertes Bis(phenol)methan von 0,9 : 1. Als Abstoppmittel für die Testrezeptur wurden 32,0 g dieser Abstopp-Emulsion verwendet. Die Differenz des Feststoffgehalts betrug 0,0.

### BEISPIEL 2

[0027] Es wurde eine Abstopp-Emulsion angesetzt, indem 46,5 g Toluol, 3,0 g ( $8,8 \times 10^{-3}$  Mol), 2,2'-Methylen-bis(6-tert-butyl-4-methylphenol), 46,5 g demineralisiertes Wasser, 2,0 g ( $1,6 \times 10^{-2}$  Mol) 4-Methoxyphenol und 2,0 g Duponol WAQE miteinander gemischt wurden. Dieses repräsentiert ein Molverhältnis von Alkoxyphenol : gehindertes Bis(phenol)methan von 1,8 : 1. Es wurden 32,0 g dieser Abstopp-Emulsion als Abstoppmittel für die Testrezeptur verwendet. Die Differenz des Feststoffgehalts betrug 0,0.

### BEISPIEL 3

[0028] Es wurde eine Abstopp-Emulsion wie in Beispiel 1 angesetzt. Es wurden 15,0 g dieser Abstopp-Emulsion als Abstoppmittel für die Testrezeptur verwendet. Die Differenz des Feststoffgehaltes betrug 0,10.

### VERGLEICHSBEISPIEL 1

[0029] Es wurde eine Abstopp-Emulsion angesetzt, indem 46,0 g Toluol, 3,0 g ( $8,8 \times 10^{-3}$  Mol), 2,2'-Methylen-bis(6-tert-butyl-4-methylphenol), 46,0 g demineralisiertes Wasser, 3,0 g ( $2,4 \times 10^{-2}$  Mol) 4-Methoxyphenol und 2,0 g Duponol WAQE miteinander gemischt wurden. Dieses repräsentiert ein Molverhältnis von Alkoxyphenol : gehindertes Bis(phenol)methan von 2,7 : 1. Es wurden 32,0 g dieser Abstopp-Emulsion als Abstoppmittel für die Testrezeptur verwendet. Die Differenz des Feststoffgehalts betrug 0,4. Dieses demonstriert einen Ablauf außerhalb des bevorzugten Molverhältnisses von Alkoxyphenol zu Bis(phenol)methan.

### VERGLEICHSBEISPIEL 2

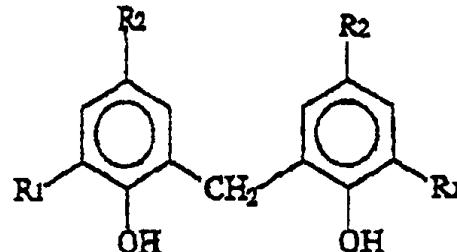
[0030] Es wurde eine Abstopp-Emulsion angesetzt, indem 48,0 g Toluol, 3,0 g 2,2'-Methylen-bis(6-tert-butyl-4-methylphenol), 48,0 g demineralisiertes Wasser und 1,0 g Duponol WAQE miteinander gemischt wurden. Es wurden 14,0 g dieser Abstopp-Emulsion als Abstoppmittel für die Testrezeptur verwendet. Die Differenz des Feststoffgehalts betrug 4,1. Dieses demonstriert einen Ablauf außerhalb mit gehindertem Bis(phenol)methan allein.

### VERGLEICHSBEISPIEL 3

[0031] Es wurde eine Abstopp-Emulsion angesetzt, indem 48,0 g Toluol, 48,0 g demineralisiertes Wasser, 3,0 g 4-Methoxyphenol und 1,0 g Duponol WAQE miteinander gemischt wurden. Es wurden 14,0 g dieser Abstopp-Emulsion als Abstoppmittel für die Testrezeptur verwendet. Die Differenz des Feststoffgehalts betrug 3,9. Dieses demonstriert einen Ablauf mit Alkoxyphenol allein.

### Patentansprüche

1. Polymerisationsinhibitor-Zusammensetzung für die Emulsionspolymerisation von Chloropren, aufweisend, 4-(C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-Alkoxy)phenol und ein gehindertes Bis(phenol)methan der Formel:



worin jedes R<sup>1</sup> unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus C<sub>1</sub>- bis C<sub>12</sub>-Alkylresten und jedes R<sup>2</sup> unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus Wasserstoff und C<sub>1</sub>- bis C<sub>12</sub>-Alkylresten, wobei das Molverhältnis von Alkoxyphenol zu dem gehinderten Bis(phenol)methan im Bereich von 0,5 : 1 bis 2,5 : 1 liegt.

2. Zusammensetzung nach Anspruch 1, wobei das 4-(C<sub>1</sub>-C<sub>3</sub>-Alkoxy)phenol 4-Methoxyphenol ist.

3. Zusammensetzung nach Anspruch 2, wobei jedes R<sup>1</sup> unabhängig ausgewählt ist aus der Gruppe, bestehend aus verzweigten C<sub>3</sub>- bis C<sub>12</sub>-Alkyresten und Cycloalkylresten.

4. Zusammensetzung nach Anspruch 3, wobei das Bis(phenol)methan 2,2'-Methylen-bis(6-tert-Butyl-4-methylphenol) ist.

5. Zusammensetzung nach Anspruch 3, wobei das Bis(phenol)methan 2,2'-Methylen-bis(6-tert-Butyl-4-ethylphenol) ist.

6. Verfahren zum Herstellen eines verfärbungsbeständigen Polychloroprens, umfassend die Schritte: Polymerisieren von Chloropren-Monomer in einer wässrigen Emulsion und Inhibieren des Polymerisationsschrittes durch Zusetzen von mindestens 0,0003% der Zusammensetzung nach Anspruch 1, bezogen auf das Gesamtgewicht des Ausgangsmonomers.

7. Klebende Zusammensetzung, aufweisend ein Polychloropren, hergestellt nach dem Verfahren nach Anspruch 6, und ein organisches Lösemittel.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen